

PAT-NO: JP403122544A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03122544 A

TITLE: MEASURING APPARATUS OF MECHANICAL PROPERTY
OF THIN FILM
MATERIAL

PUBN-DATE: May 24, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SHIMIZU, HIROYA

WATANABE, MICHIIRO

MIURA, TOSHIYUKI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

HITACHI LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP01260030

APPL-DATE: October 6, 1989

INT-CL (IPC): G01N003/00

US-CL-CURRENT: 73/763, 356/32 , 374/55

ABSTRACT:

PURPOSE: To measure the stress of a film of a thin film material with high accuracy at any temperature and in any optical ambience by accommodating a plurality of samples within a container which is capable of controlling the temperature and ambience thereinside, and measuring the amount of warp based on the interference effect of laser beams.

CONSTITUTION: A sample 4 is placed on an optical flat 5 in an electric furnace 1. A monochromatic light generated in a laser generating part 8 introduced into the furnace 1 through a beam expander 9, lenses 6, 12 and a half mirror 7. The light of the monochromatic light 11 reflected by the flat 5 and the light of the monochromatic light reflected by the sample 4 interfere with each other thereby to form an image of Newton's rings. The image is, through lenses 12, 13 recorded by a camera 10 or the like. Therefore, the amount of warp at various temperatures and in various kinds of ambiences in the furnace s1 can be measured for a plurality of samples, and the Young's modulus and thermal expansion coefficient of a thin film can be detected from the difference of the amount of warp. It becomes possible to measure the stress of a film of a thin film material with high accuracy at any optional temperature.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報 (A)

平3-122544

⑬ Int. Cl.⁵

G 01 N 3/00

識別記号

庁内整理番号

Z 7005-2G

⑭ 公開 平成3年(1991)5月24日

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全4頁)

⑮ 発明の名称 薄膜材料の機械的特性測定装置

⑯ 特願 平1-260030

⑰ 出願 平1(1989)10月6日

⑱ 発明者 清水 浩也 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

⑲ 発明者 渡辺 道弘 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

⑳ 発明者 三浦 敏之 茨城県勝田市大字稻田1410番地 株式会社日立製作所東海工場内

㉑ 出願人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉒ 代理人 弁理士 小川 勝男 外1名

明 観 審

1. 発明の名称

薄膜材料の機械的特性測定装置

2. 特許請求の範囲

1. 基板上に薄膜を形成してサンプルの反り変形量を測定し、この反り変形量から薄膜の膜応力を算定し、あるいは薄膜の機械的特性を算定する装置において、少なくとも2個のサンプルを収納する容器と、サンプルを置くオブティカルフラットとサンプルを任意の温度まで加熱、冷却し、あるいは一定の温度に保つ温度制御装置と、容器内の雰囲気を任意の気体に変え、あるいは真空雰囲気にするガス排気装置とガス導入装置と、サンプル及びオブティカルフラットにサンプルの反り変形量と測定するためのレーザービームを照射するレーザービーム発生装置と、サンプル及びオブティカルフラットにレーザービームを導く光学系と、サンプル及びオブティカルフラットに照射されたレーザービームの反射ビームをスチールカメラ又はテレビカメラに

導くための光学系と、前記テレビカメラによつて得られた画像を処理し、機械的特性を算出するための処理装置からなるものであることを特徴とする薄膜材料の機械的特性測定装置。

2. 特許請求の範囲第1項記載の装置においてレーザービーム発生装置は、サンプルの反り変形量を測定するために適切な波長のレーザービームを発生するものであることを特徴とする薄膜材料の機械的特性測定装置。

3. 上記レーザービーム発生装置のレーザーとして、色素レーザー又はエキシマ、窒素、He-N₂等の気体レーザー又は該気体レーザーからの高周波により励起される色素レーザー、又はルピー等の固体レーザー又は該固体レーザーからの高周波により励起される色素レーザー、又は波長可変レーザー、又は自由電子レーザーを用いたことを特徴とする薄膜材料の機械的特性測定装置。

4. 特許請求の範囲第1項記載の装置においてレーザービームを導く光学系はレンズ、鏡、半透

明鏡、ビームエキスパンダーから成るものであることを特徴とする薄膜材料の機械的特性測定装置。

5. 特許請求の範囲第1項記載の装置においてサンプルの反り変形量の測定にオブティカルフラットの表面で反射されたレーザービームとサンプルの表面で反射されたレーザービームの干渉により生じたニュートンリング像を用いることを特徴とした薄膜材料の機械的特性測定装置。

6. 特許請求の範囲第1項記載の装置において測定される薄膜材料の機械的特性は薄膜の内部応力と熱膨張係数とヤング率であることを特徴とする薄膜材料の機械的特性測定装置。(9) 上記薄膜材料の機械的特性の測定は異なる熱膨張係数、ヤング率を持つ2種類の基板上に目的とする薄膜材料をスパッタリング法、蒸着法などを用いて形成し、このサンプルを同一雰囲気中で特定の温度まで加熱あるいは冷却した際に生じて熱応力のサンプルによる差異から算定することを特徴とする薄膜材料の機械的特性測定装置。

びヤング率に依存することを利用する振動リード法がある。

(発明が解決しようとする課題)

上記従来技術は任意の温度における薄膜材料の膜応力測定について配慮がされておらず、室温以外の状態での測定ができないという問題点があつた。

本発明は任意の温度における薄膜材料の膜応力の高精度な測定を可能にすることを目的としている。

従来技術は薄膜材料のヤング率を測定する際、薄膜単体のサンプルが必要であること、測定装置が大がかりになること、等の欠点があつた。

本発明は基板上に薄膜を形成したサンプルを用いて、容易にヤング率を測定することを目的としている。

本発明の他の目的は、薄膜材料の熱膨張係数を容易に測定することにある。

(課題を解決するための手段)

上記目的を達成するために、温度調整装置によ

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は電子デバイスに使用される薄膜材料の膜応力及び機械的特性測定装置に関する。

(従来の技術)

従来、薄膜材料の膜応力測定法及び薄膜材料の機械的特性の測定法については、1983年発行の薄膜ハンドブック第178項から第207項に論じられている。薄膜の材料膜応力を測定する手法としては基板上に薄膜を形成したサンプルの反り変形量から算出する方法とX線回折により薄膜材料の格子面間隔を求め、これから膜応力を算出する方法がある。薄膜材料の機械的特性のうちヤング率を測定する手法は、現在のところ完全には確立されていないが、使用されている方法は薄膜単独のサンプル中に超音波を励起し、この超音波の音速がヤング率に依存することを利用する超音波音速測定法と、薄膜単独のサンプルあるいは基板上に薄膜を形成したサンプルを振動させ、この時の共振の固有振動数がサンプルの形状、密度及

り、サンプルを収納する容器内部の温度を任意に制御できるようにしたものである。

また、室温以外の状態でサンプルの反り変形量を測定するために、比較的波長の短かいレーザービームの干渉効果により反り変形量を測定できるようにしたものである。

さらに、薄膜材料のヤング率と熱膨張係数を容易に測定するため、目的とする薄膜材料を異なつた2種の基板上に形成したサンプルを用い、これを同時にサンプル収納容器に収納し、同時に温度変化を与ながら反り変形量を測定するようにしたものである。

(作用)

温度調整装置は、サンプル収納容器内の温度をモニターし、その情報をフィードバックすることにより、指示された温度よりも容器内部の温度が低ければヒーターを作動させ、逆に示された温度よりも容器内部の温度が高ければヒーターを停止させる。それによつて、目的の温度までサンプルを加熱冷却させること、又一定の温度にサンプ

ルを保つことができる。

レーザービームは光学系によりサンプル収納容器内部に導かれ、サンプルの置かれたオブティカルフラットとサンプル表面で反射され、これら反射されたレーザービームは干渉し、ニュートンリング像を形成する。このニュートンリング像の明線と暗線と暗線とのそれぞれの高さの差は、レーザービームの波長の2分の1となるので、このニュートンリング像からサンプルの反り変形量を測定できる。

ガス排気装置とガス導入装置は、サンプル収納容器内部を真空や開気にした後、Ar, N₂などの不活性ガスをサンプル収納容器内部に導入するために存在する。それによつて、大気中では酸化しやすいサンプルについても、酸化させることなく、薄膜の内部応力、薄膜の熱膨張係数、薄膜のヤング率を測定することが可能となる。

この装置は異なる熱膨張係数、ヤング率を持つ、2種類の基板上に薄膜を形成した、2コのサンプルを同時に目的の温度まで加熱、又は冷却し、そ

れらの反り変形量を測定する。このとき、第1のサンプルの基板の熱膨張係数、ヤング率、ポアソン比をそれぞれ α_1 , E_1 , ν_1 とし、第2のサンプルの基板の熱膨張係数、ヤング率、ポアソン比をそれぞれ α_2 , E_2 , ν_2 とし、サンプル1、サンプル2のそれぞれの薄膜の長さを l_1 , l_2 とし、基板の厚さを D_1 , D_2 とし、薄膜の厚さを d_1 , d_2 とし、薄膜の熱膨張係数、ヤング率、ポアソン比をそれぞれ、 α_1 , E_1 , ν_1 とし、これらのサンプルに ΔT の温度変化を与えた時の、サンプル1及びサンプル2の反り変形量の変化量が δ_1 , δ_2 であるとすれば、 $D_1 > d_1$ かつ $D_2 > d_2$ の時、これらの量の間には

$$\frac{8\delta_1}{l_1^3} = \frac{6E_1(1-\nu_1)d_1}{(\alpha_1 - \alpha_2)D_1^2} (\Delta T)$$

$$\frac{8\delta_2}{l_2^3} = \frac{6E_2(1-\nu_2)d_2}{(\alpha_1 - \alpha_2)D_2^2} (\Delta T)$$

という関係が成り立つ。この2つの式は E_1 , α_1 に関する連立方程式なので、 E_1 , α_1 につい

て解くことができ、これによつて薄膜のヤング率、熱膨張係数を求めることができる。

テレビカメラは干渉の結果生じた、サンプルの反り変形量を示すニュートンリング像を記録し、データ処理装置に送る。これによつて任意の時点における測定又は連続的な測定が可能となる。

(実施例)

以下、本発明の一実施例を第1図により説明する。

電気炉1はサンプル収納器を兼ねており、これにはガス排気口2とガス導入口3が付いていて、容器内のガスを任意のものに置換、あるいは真空にできる。電気炉1中にはオブティカルフラット5が備えられており、この上にサンプル4を置く。レーザー発生部8で生じた単色光11はビームエキスパンダー9によりその面積を拡げられた後、レンズ6, 12およびハーフミラー7を経た後、電気炉1内に入る。そして、オブティカルフラット5で反射された単色光とサンプル4で反射された単色光が干渉し、ニュートンリング像を形成した

後、この像は、レンズ12, 13を経て外部に取り出され、スチールカメラ10などにより記録される。この時、電気炉1の温度を所望の温度に設定しておけば、いろいろな温度におけるサンプルの反り変形量が測定できる。図中には示していないが、熱膨張係数、ヤング率の異なる2種類の基板上に目的とする薄膜を形成した、2コのサンプルを使用すれば、その反り変形量の差異から薄膜のヤング率、熱膨張係数を算出することができる。又、薄膜形成時の温度まで電気炉1により加熱すれば、その温度での反り変形量から成膜時に蓄積される真性な薄膜の応力を知ることも可能である。単色光11を得るためにには、レーザー光ではなく、水銀燈などの光をフィルターに通したものを使つても良い。スチールカメラ10の代わりに、テレビカメラ等を用い、画像データを、データ処理装置に送れば、連続的な測定も可能である。

第2図は単色光によりニュートンリング像が生成される原理を示す。単色光14はオブティカルフラット表面で反射した単色光15とサンプル裝

面で反射した単色光16に分かれる。これら反射した単色光は、オプティカルフラット5とサンプル4とのすきまが、

$$\frac{1}{2} \lambda \cdot n$$

と表わされるときに強めあい。

$$\frac{1}{2} \lambda \left(n + \frac{1}{2} \right)$$

と表わされるときに弱めあう。ここに、 λ は単色光の波長、nは0以上の整数である。従つて、明

線-明線、暗線-暗線の高さの差は $\frac{1}{2} \lambda$ となり、

サンプルの反り変形量を測定できる。反り変形量をより高精度に測定したい場合は、より短い波長のレーザー光を用いるか、より短い波長の光のみを透過させるフィルターを用いれば良い。

本実施例によれば薄膜材料の内部応力、熱膨張係数、ヤング率を高精度に測定することが可能である。

〔発明の効果〕

本発明によれば、サンプルの反り変形量を高精度に測定できるので、薄膜の内部応力、熱膨張係数、ヤング率を容易に測定することができる。

4. 図面の簡単な説明

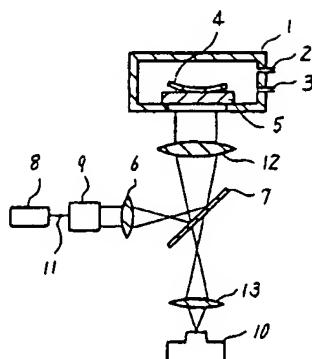
第1図は本発明による薄膜材料の機械的特性測定装置の断面図、第2図はオプティカルフラット上に置かれたサンプルの反り変形量測定方法の原理を示す図である。

1…電気炉、4…サンプル、5…オプティカルフラット、11…単色光。

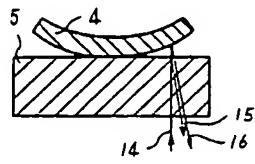
代理人 弁理士 小川勝男



第1図



第2図



1 電気炉
4 サンプル
5 オプティカルフラット
11 単色光